

Analisis Struktur Mikro dan Perubahan Fasa γ -TiAl sebagai Material Paduan Tahan Temperatur Tinggi

Dyka Rahayu Meyla Sari dan Hariyati Purwaningsih

Jurusan Teknik Material dan Metalurgi, Fakultas Teknologi Industri, Institut Teknologi Sepuluh Nopember (ITS)

Jl. Arief Rahman Hakim, Surabaya 60111 Indonesia

E-mail: hariyati@mat-eng.its.ac.id

Abstrak—Kebutuhan material paduan tahan temperatur tinggi semakin meningkat salah satunya pada industri pesawat terbang. Paduan intermetalik γ -TiAl dijadikan kandidat sebagai konstruksi aplikasi temperatur tinggi karena lebih ringan dan memiliki ketahanan pembakaran yang baik. Sintesa substrat dilakukan melalui proses mechanical alloying menggunakan Modification Horizontal Ball Mill selama 10 jam dengan kecepatan 400 rpm dilanjutkan annealing pada 900°C selama 30 menit. Sintesa paduan γ -TiAl melibatkan serbuk titanium dan aluminium dengan komposisi Ti64wt%-Al. Pengujian thermal cyclic dilakukan pada temperatur 800°C selama satu jam kemudian didinginkan sampai temperatur kamar dan dibiarkan selama 30 menit untuk setiap siklusnya dengan menggunakan burner oxygen acetelene sebagai simulasi aplikasi paduan γ -TiAl pada temperatur tinggi. Pengujian XRD dilakukan untuk mengidentifikasi transformasi fasa dari senyawa yang terbentuk, SEM-EDAX dilakukan untuk mengamati morfologi dan komposisi unsur dari mikrostruktur. Fasa intermetalik γ -TiAl terbentuk sebagai hasil sintesa paduan setelah mechanical alloying dan annealing. Perlakuan thermal cyclic hingga siklus kelima terbentuk oksida Al_2O_3 , TiO_2 dan Al_2TiO_5 sebagai produk oksidasi dari paduan γ -TiAl. Oksida SiO_2 dan $\text{Mg}(\text{SiO}_3)$ muncul akibat kereaktifan unsur yang berada pada batu tahan api yang digunakan sebagai tempat spesimen saat dilakukan pemanasan sehingga kedepannya disarankan untuk tidak menggunakan batu tahan api.

Kata Kunci—oksidasi γ -TiAl, paduan tahan temperatur tinggi, paduan γ -TiAl, thermal cyclic

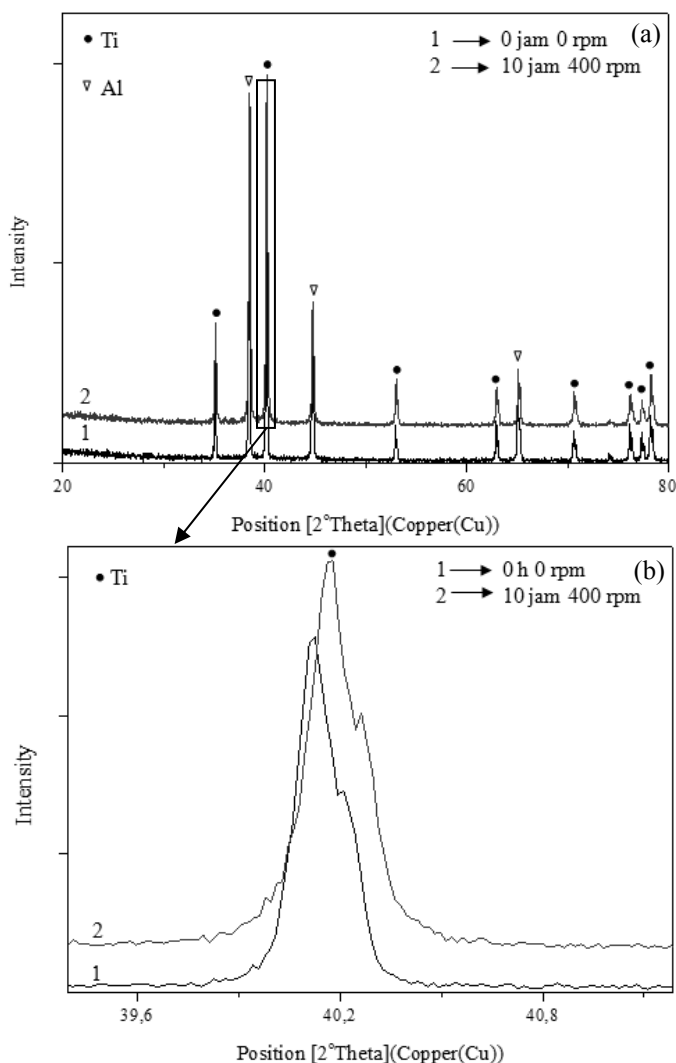
I. PENDAHULUAN

ILMU pengetahuan dan teknologi menjadi kebutuhan manusia dalam meningkatkan kesejahteraan hidup pada saat ini. Kebutuhan manusia terhadap aplikasi teknologi yang efisien mengalami peningkatan yang berarti. Teknologi yang efisien tidak terlepas dari ilmu bahan yang semakin berkembang. Bidang industri seperti pada industri pesawat terbang, otomotif, dan industri petrokimia membutuhkan material yang tahan terhadap temperatur tinggi (*high temperatur resistance*), ketahanan terhadap aus, kekerasan yang tinggi dan berbagai kondisi yang dimungkinkan. Sebagai contoh, untuk pemakaian sebagai bilah turbin (*turbine blade*) pada mesin turbin gas yang dapat mencapai temperatur 1200°C dengan tegangan luar yang cukup besar secara

berulang-ulang. Pada kondisi kerja tersebut material harus memiliki sifat mekanik dan ketahanan temperatur tinggi yang baik, meliputi kekuatan pada temperatur tinggi (*high temperature strength*), ketangguhan (*toughness*), ketahanan mulur (*creep resistance*), ketahanan lelah termal (*thermal fatigue resistance*), dan ketahanan oksidasi, sulfidasi serta *hot corrosion* [1].

Dari berbagai jenis rekayasa penelitian yang telah dilakukan, salah satu jenis material yang dikembangkan untuk aplikasi *high temperatur* adalah jenis *super alloy* ataupun paduan intermetallik. Senyawa intermetallik digunakan karena ikatan kimia yang terbentuk lebih kuat jika dibandingkan dengan unsur tunggalnya, selain itu cenderung memiliki sifat mekanik dan sifat termal yang tinggi. Diantara paduan intermetallik yang dikembangkan adalah paduan Titanium-Aluminium (Ti-Al) karena lebih ringan, memiliki kekuatan temperatur tinggi, ketahanan pembakaran yang sangat baik dan ketahanan oksidasi yang cukup baik, paduan intermetalik ini dianggap sebagai kandidat kuat material substitusi di bagian kompressor dari mesin turbin gas pada pesawat [2]. Dari paduan tersebut diharapkan yang terbentuk adalah γ -TiAl karena fasa γ -TiAl mempunyai densitas yang rendah, kekuatan luluh yang tinggi, dan creep resisten yang tangguh pada temperatur tinggi [3].

Blade turbin gas merupakan komponen mesin yang penggunaannya dituntut memiliki ketahanan aus yang tinggi karena untuk operasi temperatur tinggi dalam lingkungan oksidatif. Paduan intermetallik γ -TiAl dijadikan sebagai kandidat untuk material konstruksi pada turbin mesin pesawat [4]. Namun penggunaan γ -TiAl pada temperatur tinggi dibatasi oleh laju oksidasinya yang tidak dapat dihindari. Selain memiliki kekuatan yang rendah kelemahan lain dari γ -TiAl kurangnya ketahanan korosinya pada temperatur kerja 700-900°C [5]. Pada mesin turbin gas seringkali mengalami siklus thermal yang dapat mengakibatkan peretakan (*cracking*) dan pengelupasan (*spalling*) karena oksidasi sehingga perlu dilakukan penelitian lebih lanjut mengenai analisa fasa dan mikrostruktur yang terbentuk akibat perlakuan termal berulang pada paduan berbasis Titanium.



Gambar. 1. (a) Perbandingan pola difraksi XRD serbuk Ti64%wt-Al sebelum dan setelah *mechanical alloying* 400 rpm 10 jam (b) Perbandingan puncak difraksi Ti sebelum dan setelah *mechanical alloying* 400 rpm 10 jam

II. METODOLOGI PENELITIAN

Substrat yang digunakan dalam penelitian ini adalah paduan intermetalik γ -TiAl dengan komposisi Ti64%wt dan Al 36%wt. Paduan dibuat melalui proses *mechanical alloying* menggunakan *Modification Horizontal Ball Mill*. Proses *thermal cyclic* dilakukan menggunakan *burner oxygen acetelene* pada temperatur 800°C.

A. Sintesa Paduan TiAl

Sintesa paduan γ -TiAl dilakukan dengan metode *mechanical alloying* menggunakan alat *Modification Horizontal Ball Mill* untuk proses *milling* pada serbuk Ti64%wt-Al. Sebelumnya serbuk Ti64%wt dan Al 36%wt dimasukkan ke dalam vial stainless steel dengan lingkungan argon, *Ball Powder Ratio* (BPR) 10:1[6], dan penambahan PCA methanol [7]. *Mechanical alloying* dilakukan selama 10 jam pada 400 rpm. Hasil dari *mechanical alloying* dilanjutkan dengan kompaksi 3000 psi selama 30 menit untuk membentuk

pelet kemudian diannealing pada temperatur 900°C dengan *holding time* 30 menit pada lingkungan argon dengan menggunakan *Vacuum Furnace Carbolite*. Pengujian Sinar-X dan SEM dilakukan pada serbuk hasil *mechanical alloying* dan pelet hasil annealing. Hasil uji XRD dicocokkan dengan data pada JCPDF.

B. Pengujian *Thermal Cyclic*

Proses *thermal cyclic* pada pelet dilakukan menggunakan *burner oxygen acetelene* pada temperatur 800°C *holding time* 1 jam, pendinginan sampai temperatur kamar kemudian dibiarkan selama 30 menit untuk setiap siklusnya. Difraksi sinar-X digunakan untuk mengidentifikasi fasa. Peralatan yang digunakan adalah seperangkat alat PanAnalytical. Sedangkan mikroskop elektron SEM/EDX PAN Analytical digunakan untuk mengamati perubahan struktur mikro. Uji Sinar-X dan SEM/EDX dilakukan pada pelet sebelum dan setelah *thermal cyclic*.

III. HASIL DAN DISKUSI

A. Analisis Hasil Sintesa Paduan TiAl

Perbandingan pola difraksi XRD serbuk Ti64%wt-Al hasil *mechanical alloying* 400 rpm dengan *as-received* terlihat di Gambar 1. Dari gambar tersebut menunjukkan pola difraksi yang hampir sama atau tidak jauh berbeda, sepintas seperti tidak terjadi perubahan. Unsur yang tampak pada grafik XRD menunjukkan unsur Ti dan Al. Unsur yang tampak pada grafik XRD didominasi unsur Ti dan Al. Hal tersebut bersesuaian dengan (JCPDF#44-1234) untuk unsur Ti dan (JCPDF#04-0787) untuk unsur Al. Dengan kecepatan *milling* 400 rpm selama 10 jam ternyata belum mampu merubah fasa sehingga perlu dilakukan analisis yang lebih spesifik terhadap perubahan bentuk kurva dengan metode *single peak analysis*.

Hasil *single peak analysis* menunjukkan bahwa telah terjadi perubahan bentuk kurva akibat *mechanical alloying* 400 rpm selama 10 jam. Seperti terlihat pada Gambar 1 (b), pada *milling time* 10 jam telah mengalami pelebaran kurva untuk puncak difraksi unsur Ti dibandingkan dengan *as-received*-nya. Tabel 1 menunjukkan perubahan nilai FWHM dan perubahan ukuran kristal. Persamaan (1) merupakan perumusan untuk menghitung ukuran kristal.

$$D = \frac{0,9\lambda}{B \cos \theta} \quad (1)$$

Dimana D adalah ukuran kristal (Å), λ adalah panjang gelombang yang digunakan dalam uji XRD yaitu 1.54056 Å, B adalah lebar setengah puncak (FWHM) dalam radian, θ adalah posisi sudut terbentuknya puncak

Nilai FWHM Ti setelah *milling* meningkat menjadi 0.132 dari sebelum *milling* 0.116, sedangkan untuk Al mengalami penurunan. Dari nilai FWHM dihitung ukuran kristal sebelum dan sesudah *milling* untuk Ti sebelum *milling* 994.936 Å, setelah *milling* menjadi 811.768 Å. Sedangkan untuk Al

Tabel 1.

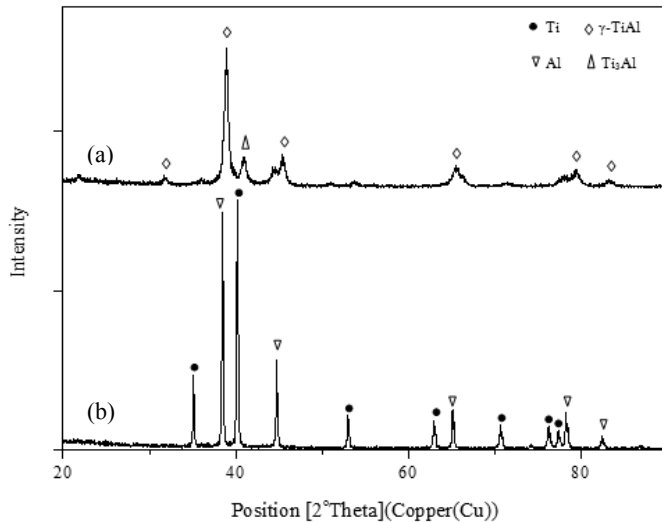
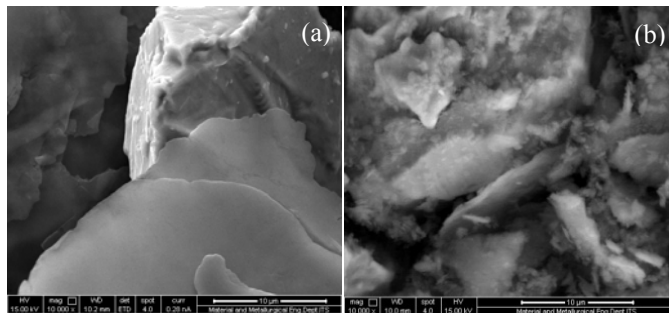
Perubahan nilai FWHM dan ukuran kristal sebelum dan sesudah milling 10 jam 400 rpm

Sampel	Fasa	Cos θ	FWHM	D (Å)
Serbuk As-Received	Ti	0,939	0,116	994,9
Ti64%wt-Al	Al	0,944	0,174	559,8
Serbuk Ti64%wt-Al	Ti	0,939	0,132	811,8
milling 400 rpm 10 jam	Al	0,944	0,164	601,6

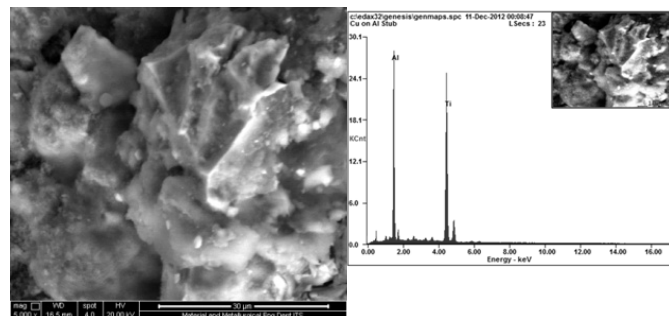
Tabel 2.

Komposisi Pelet hasil milling 400 rpm 10 jam kompaksi 3000 psi 10 menit dilanjutkan annealing 900°C 30 menit

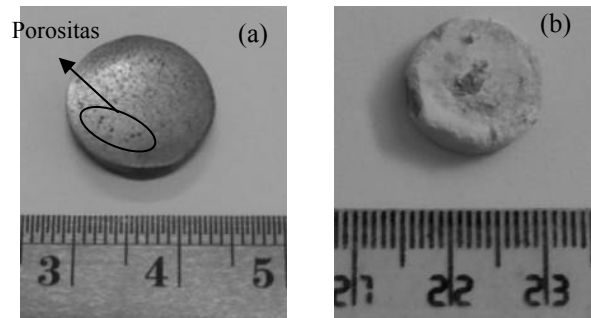
Elemen	wt%	at%
Al	43,47	57,72
Ti	56,53	42,28

Gambar. 2. Perbandingan pola difraksi XRD serbuk Ti64%wt-Al hasil *mechanical alloying* (a). Sebelum *annealing* dan (b). Sesudah *annealing*

Gambar. 3. Hasil Pengujian SEM (a) Serbuk Ti-Al sebelum milling dan (b) Serbuk Ti-Al setelah milling 10 jam 400 rpm



Gambar. 4. (a) Hasil SEM pada pelet setelah annealing (b) Hasil EDAX pada pelet setelah annealing

Gambar. 5. Spesimen (a) Sebelum *thermal cyclic* (b) Setelah cycle 3

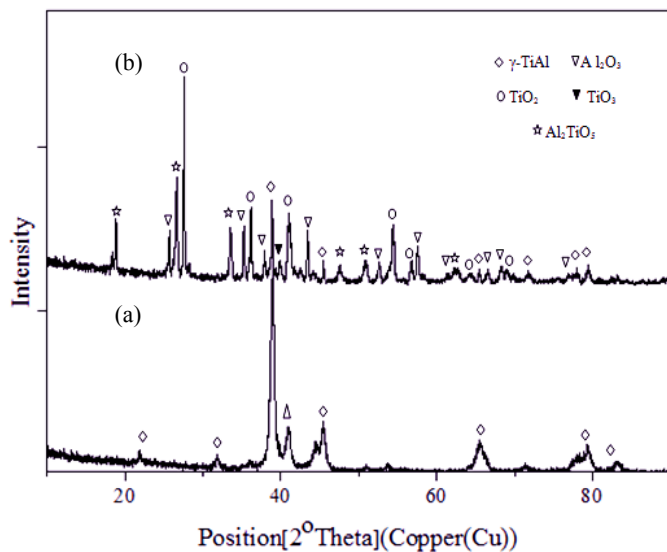
sebesar 559.8 Å setelah milling menjadi 601.62 Å. Hal ini disebabkan Al mengalami *aglomerasi* akibat *mechanical milling*. Serbuk berukuran nanokristalin memiliki potensial tinggi untuk mengalami aglomerasi selama *mechanical alloying* [6]. *Milling* selama 10 jam pada kecepatan 400 rpm mengurangi ukuran kristal Ti namun belum mampu menghasilkan γ -TiAl.

Serbuk hasil *mechanical alloying* dikompaksi menjadi pelet dan dilakukan proses *annealing* pada *vacuum furnace*. Proses *annealing* dilakukan pada temperatur 900°C dengan *holding time* 30 menit. Hasil XRD pada pelet hasil *annealing* ditunjukkan oleh Gambar 2.

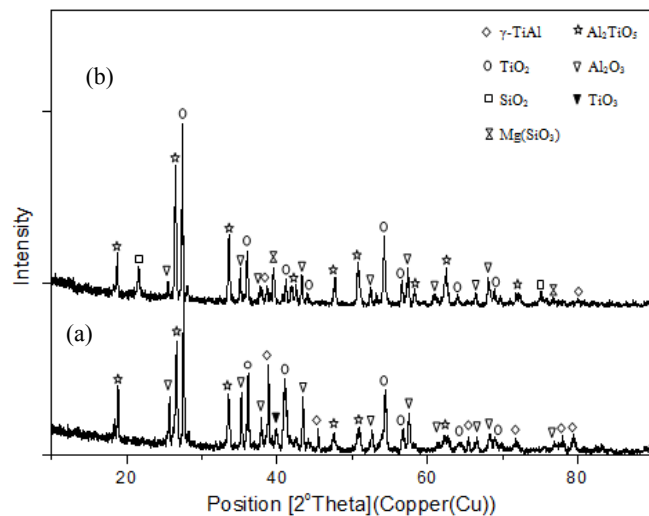
Dari morfologi hasil pengamatan dengan menggunakan SEM (Gambar 3a) dapat dilihat bahwa unsur Al adalah unsur yang mempunyai bentuk pipih atau flake yang tipis dan lebar, pencahayaannya dengan warna terang. Sedangkan untuk unsur Ti bentuk morfologinya adalah seperti bongkahan atau batu-batu kecil dengan pencahayaan yang gelap dan bentuk yang tidak beraturan.

Perbesaran 10.000x pada serbuk hasil milling (Gambar 4b) memperlihatkan morfologi partikel bentuk flake mulai yang besar hingga yang kecil dan dalam bentuk bongkahan yang tidak beraturan dengan morfologi kasar. Terlihat bongkahan Ti yang diselubungi oleh partikel atau flake halus dari Al. Ukuran partikel yang beragam mengindikasikan serbuk yang di *milling* belum sepenuhnya menjadi homogen.

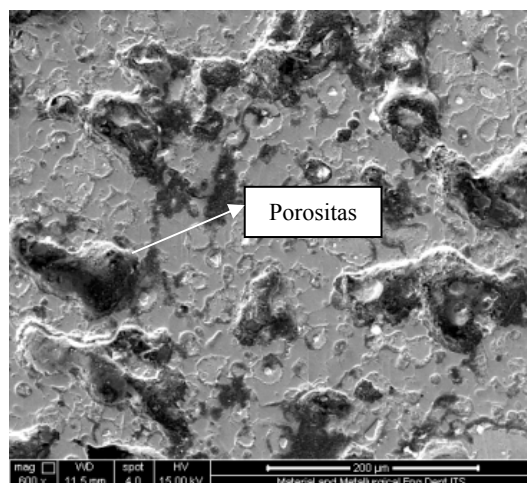
Gambar 4 menunjukkan hasil SEM pada pelet dari serbuk hasil milling yang dikompaksi 3000 psi selama 10 menit kemudian dilakukan *annealing* pada 900°C selama 30 menit. Dari hasil SEM menunjukkan bentuk yang berupa bongkahan dengan bentuk tidak beraturan. Hasil EDAX ditunjukkan pada Tabel 2. Dari hasil EDAX komposisi Ti sebesar 42,28 at% dan Al 57,72 at%. Komposisi dari Ti dan Al mendekati komposisi untuk paduan TiAl yaitu 50:50.



Gambar. 6. Perbandingan puncak difraksi hasil uji XRD pada permukaan spesimen (a) Sebelum *thermal cyclic* (b) Setelah *cycle 1*



Gambar. 6. Perbandingan puncak difraksi hasil uji XRD pada permukaan spesimen (a) Setelah *cycle 1* (b) Setelah *cycle 5*



Gambar. 7. Permukaan spesimen sebelum *thermal cyclic*

B. Pengujian *Thermal Cyclic*

Hasil pengamatan secara visual terlihat spesimen (Gambar 5a) berbentuk pelet berwarna perak dengan bintang-bintang hitam di permukaannya. Bintang hitam tersebut merupakan poros yang jumlahnya cukup banyak menyebar di permukaan spesimen. Permukaan spesimen setelah *cycle 3* (Gambar 5b) terjadi perubahan warna pada spesimen menjadi berwarna putih.

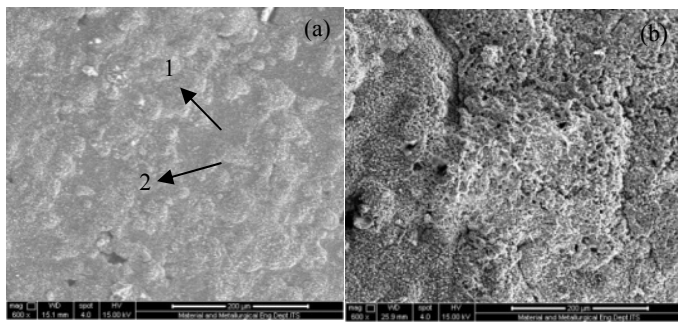
Pemanasan *cycle 1* terbentuk fasa rutil TiO_2 , corundum Al_2O_3 , Al_2TiO_5 , $\gamma\text{-TiAl}$, dan TiO_3 seperti yang ditunjukkan Gambar 6b. Berbagai oksida tersebut terbentuk karena TiAl bereaksi dengan oksigen akibat perlakuan *thermal cyclic*. Pemanasan pada material $\gamma\text{-TiAl}/\text{Ti}_3\text{Al}$ antara lain menghasilkan fasa corundum Al_2O_3 dan rutil TiO_2 sebagai produk oksidasi [8]. Oksida Al_2O_3 terbentuk sebagai lapisan pasif yang melindungi apabila oksida tersebut terbentuk secara *continue* dan membentuk lapisan [9]. Fasa $\gamma\text{-TiAl}$ yang terlihat jelas pada Gambar 6a keberadaannya menurun setelah pemanasan.

Perlakuan *thermal cyclic* di temperatur 800°C pada paduan $\gamma\text{-TiAl}$ hasil *mechanical alloying* dilanjutkan dengan *annealing* menyebabkan pada paduan $\gamma\text{-TiAl}$ muncul oksida. Oksida Al_2O_3 muncul sebagai oksida paling dominan yang berfungsi sebagai lapisan pasif yang bersifat melindungi [10].

Aluminium membutuhkan standar energi bebas yang lebih rendah untuk pembentukan oksida daripada Titanium sehingga Al_2O_3 terbentuk terlebih dahulu daripada TiO_2 . Semakin rendah energi bebas yang dibutuhkan untuk membentuk oksida maka oksida tersebut semakin stabil. Maka dari itu beberapa paduan tahan temperatur tinggi menggunakan aluminium untuk membentuk Al_2O_3 sebagai oksida pelindung [10]. Namun perlakuan panas dalam waktu 1 jam dan dilakukan berulang selain menghasilkan oksida Al_2O_3 ternyata juga mengakibatkan munculnya oksida TiO_2 dan Al_2TiO_5 . Al_2O_3 dan TiO_2 pada temperatur tinggi bereaksi membentuk Al_2TiO_5 sebagai produk dari reaksi antara keduanya [11]. Perlu analisa termodinamika lebih lanjut apakah pembentukan oksida tersebut bersifat menguntungkan atau merugikan.

Pemanasan siklus kelima (Gambar 6b) menunjukkan puncak $\gamma\text{-TiAl}$ semakin menghilang akibat bereaksi dengan oksigen selama pemanasan membentuk oksida. Muncul fasa baru berupa SiO_2 dan $\text{Mg}(\text{SiO}_3)$. Munculnya oksida SiO_2 dan $\text{Mg}(\text{SiO}_3)$ berasal dari kereaktifan unsur yang berada di batu tahan api yang dijadikan media pengujian *thermal cyclic*.

Gambar 7 menunjukkan hasil pengujian SEM pada permukaan spesimen sebelum dilakukan uji *thermal cyclic*. Spesimen digrinding hingga grade 2000 menggunakan kertas abrasif. Berdasarkan Gambar 7 hasil pengujian *Scanning Electron Microscope* (SEM) pada spesimen sebelum *thermal cyclic* mempunyai struktur yang tidak merata karena terdapat banyak poros pada permukaannya. Banyaknya poros ini diakibatkan hasil kompaksi pada serbuk yang tidak sempurna dan pada saat *annealing* waktu tahan yang diberikan kurang sehingga aluminium yang meleleh belum mampu mengisi seluruh kekosongan sehingga menimbulkan porositas.



Gambar. 8. Hasil Uji SEM pada permukaan spesimen (a) Setelah pemanasan cycle 1, (b). Setelah pemanasan cycle 3

Tabel 3.

Hasil EDAX pada permukaan spesimen setelah cycle 1

Area	Ti (at%)	Al (at%)	O (at%)	Oxide
1	01,83	34,79	63,37	Mixed oxide
2	05,53	27,16	67,30	Mixed oxide

Banyaknya porus berpengaruh terhadap oksidasi, dibuktikan oleh Gambar 8a setelah dilakukan pemanasan cycle 1 terlihat perubahan warna pada permukaan spesimen yang menjadi kehitaman dibandingkan permukaan spesimen sebelum *thermal cyclic* yang berwarna abu-abu pada Gambar 5a. Ketika dipanaskan Aluminium dan Titanium mengikat oksigen. Selama oksidasi, molekul oksigen pertama yang diabsorpsi permukaan logam berdisosiasi menjadi komponen atom sebelum membentuk ikatan kimia dengan atom permukaan logam dalam hal ini TiAl. Oksida yang terbentuk berupa gumpalan-gumpalan kecil dan sebagai spot-spot seperti yang ditunjukkan nomor 1. Selain itu terdapat daerah yang rata dan berwarna lebih gelap (nomor 2).

Komposisi unsur tidak menunjukkan komposisi oksida Al_2O_3 , TiO_2 ataupun Al_2TiO_5 , hal ini mengindikasikan pada kedua daerah tersebut terbentuk oksida campuran. Pembentukan terak oksida campuran pada permukaan paduan TiAl setelah pemanasan pada temperatur tinggi telah dilaporkan pada beberapa penelitian sebelumnya [8]-[12]-[13].

Pada gambar 8b dengan perbesaran 600x terlihat oksida yang terbentuk setelah cycle 3 semakin tebal. Terdapat porositas dengan ukuran cukup besar pada oksida yang terbentuk. Porositas pada oksida mengindikasikan oksida yang terbentuk *discontinue*.

IV. KESIMPULAN

Dengan milling time 10 jam kecepatan 400 rpm pada serbuk Ti-Al telah mampu merubah ukuran kristal serbuk Ti menjadi lebih kecil. Proses annealing pada serbuk hasil mechanical alloying menghasilkan paduan γ -TiAl dan menyisakan fasa Ti_3Al dengan tingkat porositas yang tinggi. Perlakuan *thermal cyclic* pada paduan γ -TiAl hasil sintesa menghasilkan oksida Al_2O_3 sebagai lapisan oksida pasif yang bersifat melindungi diikuti oksida TiO_2 dan Al_2TiO_5 akibat perlakuan panas berulang.

UCAPAN TERIMA KASIH

Penulis D.R.M.S dan H.P mengucapkan terima kasih kepada Hibah Penelitian Laboratorium Dana PNB 2012 yang telah mendanai penelitian sehingga bisa terlaksana.

DAFTAR PUSTAKA

- [1] M.H. Van de Voorde, *Protective Coating for Material in High Temperature Technology*, dalam *Surface Engineering Surface Modification of Materials*, editor R. Kossowsky dan Subhash C.S., Boston: Nijhoff Publisher (1984).
- [2] M. Thomas and M.P. Bacos, "Processing and Characterization of TiAl-based Alloy: Towards an Industrial Scale," *Journal Aerospace Lab.* Issue 3 (2011) 1-11.
- [3] M. Moser, P.H. Mayrhofer, dan H. Clemens, "On the influence of coating and oxidation on the mechanical properties of a γ -TiAl based alloy," *Intermetallics*, Vol. 16 (2008) 1206-1211.
- [4] C. Suryanarayana, R. Sudaresan, dan F. H. Froes, "TiAl formation by Mechanical alloying," *Materials Science and Engineering A*, Vol. 150, No. 1 (1992, Feb.) 117-121.
- [5] A. Rahmel, W.J. Quadackers, dan M. Schutze, "Fundamentals of TiAl-Oxidation-A Critical Review," *Mater. and Corr.*, Vol. 46 (1995) 271-285.
- [6] C., Suryanarayana, "Mechanical alloying and milling," *Progress in Materials Science*, Vol. 46, No. 1-2 (2001, Jan.) 1-184.
- [7] W. Lee dan S. I. Kwun, "The effect of the process control agents on mechanical alloying mechanisms in the Ti-Al system," *Journal of Alloys and Compound*, Vol. 240, No. 1-2 (1996, Juli) 193-199.
- [8] V. Shemet, H. Hoven, dan W.J. Quadackers, "Oxygen uptake and depletion layer formation during oxidation of γ -TiAl based alloys," *Intermetallics*, Vol. 5, No. 4 (1996) 311-320.
- [9] D.A. Jones, *Principles and Prevention of Corrosion Second Edition*. Nevada USA :Prentice-Hall.Inc (1996) 285-302.
- [10] Y.L. George, *High Temperature Corrosion of Engineering Alloys*, United States of America: ASM International (1990)
- [11] L.Stanciu, J.R. Groza, L. Stoica dan C. Plapcianu, "Influence of power precursors on reaction sintering of Al_2TiO_5 ," *Scripta Materialia*, Vol 50, (2004) 1259-1262.
- [12] V.A.C. Haanappel, H. Clemens, dan M.F. Stroosnijder, "The high temperature oxidation behaviour of high and low alloyed TiAl-based intermetallics," *Intermetallics* Vol. 10, No.3 (2002, Mar.) 293-305.
- [13] C. Lang, and M. Schutze, *The Initial Stage in the Oxidation of TiAl*, dalam *Oxidation of Intermetallics*, editor H.J Grabke dan M.Schutze, Singapore: Wiley VCH (1997) 245-263.